



中华人民共和国国家标准

GB/T 24872—2010

粮油检验 小麦粉灰分含量测定 近红外法

Inspection of grain and oils—Determination of ash content in wheat flour—
Near-infrared method

2010-06-30 发布

2011-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 AACC 08-21:2000 小麦粉灰分含量的预测-近红外方法(英文版)(AACC Method 08-21:2000 Prediction of ash content in wheat flour—Near-infrared method)。

为了便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- 为了与我国现有标准的系统性相一致而改变了标准名称;
- 按 GB/T 1.1《标准化工作导则 第1部分:标准的结构与编写规则》和 GB/T 20000.2—2001《标准化工作指南 第2部分:采用国际标准的规则》的规定,在不影响标准比较的前提下,改变了部分文本结构,将原标准中第1章“目的”调整为本标准的第4章“原理”;将原标准中的第2章“仪器”调整为本标准的第5章“仪器”;将原标准中的第3章“步骤”调整为本标准的第6章“测定”,增加了第1章“范围”、第2章“规范性引用文件”、第3章“术语和定义”、第7章“结果处理和表示”、第8章“异常样品的确认和处理”、第9章“准确性和精密度”和第10章“测试报告”,并增加了相对应的二级及三级条目编号;
- 用 GB/T 24895《粮油检验 粮食近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通用规则》代替了原标准中的“AACC Method 39-00”,因为 GB/T 24895 是参考了 AACC Method 39-00 标准而制定的;
- 取消了原标准中有关近红外仪器类型的限定。

本标准是建立在经典方法基础上的小麦粉中灰分含量快速测定的方法,对于仲裁检验,应以国家标准已规定的常规方法,即 GB/T 5009.4《食品中灰分的测定》为准。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:河南工业大学、国家粮食局科学研究院、北京市粮油食品检验所、中储粮河南分公司检测中心。

本标准主要起草人:金华丽、吴存荣、孙辉、王利丹、邬冰。

粮油检验 小麦粉灰分含量测定 近红外法

1 范围

本标准规定了近红外分析方法测定小麦粉灰分含量的术语和定义、原理、仪器设备、测定、结果处理和表示、异常样品的确认和处理、准确性和精密度及测试报告的要求。

本标准适用于小麦粉中灰分的快速测定。

本标准不适用于仲裁检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.4 食品中灰分的测定

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 24895 粮油检验 近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通用规则

3 术语和定义

GB/T 24895 界定的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

灰分 ash

样品烧尽后的残留物,代表了样品中存在的矿物质。

4 原理

小麦粉中灰分含量与纤维素含量之间存在很高的相关性。近红外定标与小麦粉麸皮中纤维素成分的关联性非常密切。近红外分析方法通过测定小麦粉中纤维素含量而获得小麦粉的灰分含量。

5 仪器设备

近红外分析仪:加入粮油近红外分析网络的仪器应符合 GB/T 24895 的要求。未加入粮油近红外分析网络的仪器,应按照 GB/T 24895 中有关定标模型验证的规定验证合格。

6 测定

6.1 测试前的准备

6.1.1 样品的取样和分样按 GB 5491 的规定执行。

6.1.2 按照近红外分析仪(第5章)说明书的要求进行仪器预热和自检测试。

6.1.3 在使用状态下每天至少用监控样品对近红外分析仪(第5章)监测一次。应跟踪每天监测的结果,同一监控样品的测定结果与最初的测定结果比较,应保证符合 9.2 的规定。监控样品的制备按附录 A 的规定执行。

6.1.4 如监控样品测定结果不符合 9.2 的要求,应停止使用,并报网络管理者或仪器供应商予以调整

或维修。

6.1.5 测试样品的温度应控制在定标模型验证中规定的测试温度范围内。

6.2 小麦粉样品的测定

接近红外分析仪(第5章)说明书要求,取适量样品进行测定,记录测定数据。每个样品应测定两次,第一次测定后的测定样品应与原待测样品混匀后,再次取样进行第二次测定。

7 结果处理和表示

7.1 为了得到有效的结果,测试结果应在仪器使用的定标模型所覆盖的灰分含量范围内。

7.2 两次测定结果的绝对差应符合9.2的要求,取两次数据的平均值为测定结果,测定结果保留小数点后一位。

7.3 如果两个测试结果的绝对差值不符合9.2的要求,则必须再进行2次独立测试,获得4个独立测试结果。若4个独立测试结果的极差($X_{\max} - X_{\min}$)等于或小于允许差(按算术平均值计算出允许差)的1.3倍,则取4个独立测试结果的平均值作为最终测试结果;如果4个独立测试结果的极差($X_{\max} - X_{\min}$)大于允许差的1.3倍,则取4个独立测试结果的中位数作为最终测试结果。

7.4 对于仪器报警的异常测定结果,所得数据不应作为有效测定数据。异常样品的确认和处理按第8章的要求执行。

8 异常样品的确认和处理

8.1 异常样品的确认

8.1.1 形成异常测定结果的原因,可能来自于以下几个方面:

- 该样品灰分含量超过了该仪器定标模型的范围;
- 该样品与参与该仪器定标样品集的样品有很大差异;
- 采用了错误的定标模型;
- 样品中杂质过多;
- 光谱扫描过程中样品发生了位移;
- 样品温度超出定标模型规定的温度范围。

8.1.2 应对造成测定结果异常的原因进行分析和排除,再进行第二次近红外测定,如仍出现报警,则确认为异常样品。

8.2 异常样品的处理

8.2.1 异常样品的灰分含量应按GB/T 5009.4规定的方法进行测定,并封存样品。

8.2.2 应将异常样品的情况通报近红外分析网络管理者或仪器生产商,以利于今后对定标模型进行升级。

9 准确性与精密度

9.1 准确性

验证样品集灰分含量扣除系统偏差后的近红外测定值与其标准值之间的标准差(SEP)应不大于0.050%。

9.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同测试方法,在短的时间内通过重新分样和重新装样,对同一被测样品相互独立进行测定,获得的两次测定结果的绝对差应不大于算术平均值的5%。

9.3 再现性

在不同实验室,由不同操作人员使用同一型号不同设备,按相同测试方法,对相同小麦粉样品,获得

的两个独立试验结果之间的绝对差值应不大于算术平均值的7%。

10 测试报告

测试报告应包括(但不限于):

- 定标模型名称及编号;
- 定标模型的适用浓度范围;
- 定标模型允许温度范围;
- 已入粮油近红外分析网络的近红外分析仪,应提供所入网络的名称、入网时间、入网编号、定标模型转移时间;
- 未入粮油近红外分析网络的近红外分析仪,应提供以下信息:
 - 验证样品集浓度范围;
 - 验证样品集的测试温度范围;
 - 验证单位及验证时间;
- 仪器型号与序列号;
- 监控样品日常监控信息;
- 试样的名称及编号;
- 试样采样方法;
- 试样制备方法;
- 试样测试时的温度;
- 试样测定结果;
- 采用的测定方法标准;
- 出现异常样品时,应提供异常样品类型及处理的有关信息;
- 测试单位、测试人及测试时间;
- 本标准未规定的,或认为是非强制性的,以及可能影响测定结果的全部细节。

附 录 A
(规范性附录)
监控样品的制备

A.1 仪器

A.1.1 近红外分析仪:符合本标准第5章的要求。

A.1.2 分样器。

A.2 监控样品的制备

A.2.1 取样:按 GB 5491 规定的方法采样。

A.2.2 分样:用分样器(A.1.2)分样至每份样品 500 g 左右。

A.2.3 样品的测定:利用近红外分析仪(A.1.1)测定样品的灰分含量。

A.2.4 监控样品应至少制备两份,其中一份留作备用。

A.3 监控样品的保存

样品应密封,保存于通风、干燥、阴凉的环境中。保存期不宜超过一年。

A.4 监控样品的使用期限

每个监控样品在使用 100 次之后,或者出现生虫、被污染等,应重新制备。

参 考 文 献

- [1] Williams P C, Thompson B N, Wetzel D, et al. 1981. Near-infrared instruments in flour mill quality control. *Cereal Foods World*, 26: 234-237.
 - [2] AACC Method 08-01:2000 Ash—Basic method.
 - [3] AACC Method 44-15A:2000 Moisture—Air-oven methods.
 - [4] AACC Method 39-00:1999 Near-infrared methods—Guidelines for model development and maintenance.
-